

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 245 577 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
02.10.2002 Bulletin 2002/40

(21) Numéro de dépôt: **02290745.5**

(22) Date de dépôt: **25.03.2002**

(51) Int Cl.7: **C08B 30/14, A01C 1/06,
A61K 9/28, A61K 9/48,
A23B 7/16, A23B 9/14,
A23G 3/00, A61K 7/16,
A61K 9/00**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: **26.03.2001 FR 0104023**

(71) Demandeur: **Roquette Frères
62136 Lestrem (FR)**

(72) Inventeurs:
• **Carbone, Domenico
15060 Pasturana (AL) (IT)**

• **Quettier, Claude
59193 Erquinghem Lys (FR)**
• **Semino, Giovanni
15063 Cassano Spinola (AL) (IT)**
• **Fossati, Ernesto
15067 Novi Ligure (AL) (IT)**

(74) Mandataire: **Boulinguez, Didier
Cabinet Plasseraud
84, rue d'Amsterdam
75440 Paris Cedex 09 (FR)**

(54) **Procédé de cuisson/séchage d'amidons riches en amylose**

(57) La présente invention a pour objet un procédé de préparation d'amidon riche en amylose pré-gélatinisé caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant :

- à former une suspension comprenant un amidon riche en amylose et de l'eau ;
- à soumettre ladite suspension à une cuisson par jet de vapeur à une température comprise entre 125 et 135°C de manière à obtenir une colle d'amidon riche en amylose pré-gélatinisé;
- à cuire et sécher ladite colle d'amidon pré-gélatinisé sur tambour sécheur à une pression comprise entre 2 et 10 bars de manière à obtenir un amidon riche

en amylose pré-gélatinisé.

Elle a également pour objet un amidon riche en amylose pré-gélatinisé caractérisé en ce qu'il présente une densité apparente inférieure à 0.4 g/ml pour une granulométrie moyenne de 100 micromètres.

Elle a en outre pour objet l'utilisation d'un tel amidon pour la fabrication de capsules molles ou de gélules et le pelliculage de formes solides pharmaceutiques, alimentaires ou agricoles.

EP 1 245 577 A1

Description

[0001] L'invention a pour objet un nouveau procédé de préparation d'amidons riches en amylose pré-gélatinisés.

[0002] Elle a également pour objet les amidons obtenus selon ce procédé.

5 [0003] Les amidons pré-gélatinisés sont généralement préparés par des techniques thermiques, chimiques ou mécaniques susceptibles d'engendrer un gonflement des granules d'amidons de façon à ce qu'ils soient solubles dans l'eau froide.

[0004] Les techniques préférées sont l'atomisation, la cuisson sur tambour ou l'extrusion. L'autoclavage ou le chauffage indirect sur échangeur de chaleur sont des procédés de cuisson qui tendent à produire des dispersions colloïdales complexes consistant en granules intacts, fragmentés et gonflés.

[0005] Il est bien connu que les amidons riches en amylose, c'est à dire présentant plus de 50% en poids d'amylose, sont particulièrement difficiles à disperser et nécessitent de fortes températures de cuisson.

[0006] Le document US-A-3.086.890 décrit un procédé de préparation d'amylose pré-gélatinisée. Ce procédé consiste en un autoclavage à 191°C sous pression d'une solution d'amylose à 25% en poids de matière sèche au plus, puis un séchage sur tambour à 110-200°C. Les poudres obtenues sont amorphes et forment des gels irréversibles après dispersion. Leur densité apparente est élevée, c'est à dire généralement supérieure à 0,4 g/ml.

[0007] Le document US-A-3.607.394 décrit un procédé de pré-gélatinisation d'amidons présentant des teneurs en amylose inférieures à 60% en poids. Ce procédé consiste en une cuisson de l'amidon à 149°C suivie d'un séchage sur tambour, par atomisation ou autre type de moyen de séchage.

20 [0008] Le document EP 0.366.898 décrit un procédé couplé de cuisson/atomisation, permettant d'obtenir des produits amorphes, pratiquement non rétrogradés, et présentant une densité apparente supérieure à celle d'un même amidon ayant subi le même procédé mais en deux étapes distinctes, soit une densité apparente supérieure à 0.45 g/ml. La cuisson des amidons riches en amylose est effectuée sur jet-cooker à 143°C et l'atomisation est mise en oeuvre avec une température d'air entrant de 220°C. Ce document présente en figure 7 une comparaison des différents amidons pré-gélatinisés de l'art antérieur.

[0009] Partant de cet enseignement, la Demanderesse a alors trouvé, après de longs travaux de recherche, que l'on pouvait préparer un amidon riche en amylose pré-gélatinisé en mettant en oeuvre un procédé particulier conduisant à des produits de faible densité apparente tout en travaillant à des températures peu élevées, ce qu'aucune des techniques de l'art antérieur ne permettaient d'obtenir.

30 [0010] L'invention a donc pour objet un procédé de préparation d'amidon riche en amylose pré-gélatinisé caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant :

- à former une suspension comprenant un amidon riche en amylose et de l'eau ;
- à soumettre ladite suspension à une cuisson par jet de vapeur à une température comprise entre 125 et 135°C de manière à obtenir une colle d'amidon riche en amylose pré-gélatinisé ;
- à sécher ledit amidon pré-gélatinisé sur tambour sécheur à une pression comprise entre 2 et 10 bars de manière à obtenir un amidon riche en amylose pré-gélatinisé.

40 [0011] L'amidon riche en amylose pré-gélatinisé obtenu peut être ensuite récupéré et broyé de manière à obtenir une poudre de granulométrie choisie en fonction des utilisations qui en seront faites par la suite.

[0012] On désigne par amidons riches en amylose au sens de la présente invention les amidons présentant une teneur en amylose supérieure ou égale à 50% en poids, et de préférence comprise entre 50 et 80% en poids, provenant de toutes origines végétales comme notamment le maïs, la pomme de terre, le manioc.

45 [0013] De préférence, le procédé selon l'invention met en oeuvre un amidon de maïs comme par exemple l'EU-RYLON® commercialisé par la Demanderesse.

[0014] L'invention s'applique également aux amidons riches en amylose modifiés par voie chimique ou physique. De préférence, on choisira l'amidon modifié dans le groupe constitué par les amidons acétylés, hydroxypropylés, carboxyméthylés, fluidifiés, et les octényl succinates d'amidon.

[0015] Selon une variante préférée du procédé selon l'invention, on choisira un amidon acétylé.

50 [0016] La suspension d'amidon est préparée à une matière sèche comprise entre 30 et 40% en poids de manière à obtenir une suspension dans l'eau.

[0017] Cette suspension est ensuite pré-gélatinisée au moyen d'une tuyère à la sortie de laquelle est appliquée une contre-pression de vapeur suffisante pour atteindre une température de cuisson de la suspension comprise entre 125 et 135°C tout en maintenant une viscosité acceptable de manière à ce que le débit du lait sortant après cuisson ne soit pas trop faible. Par exemple, on appliquera des contre-pressions de l'ordre de 2 à 3 bars.

55 [0018] De façon surprenante et inattendue, cette température de cuisson est nécessaire et suffisante pour obtenir une bonne solubilité de l'amidon pré-gélatinisé. La fraction amylose se trouve, selon le procédé conforme à l'invention, sous forme amorphe, alors que les procédés de l'art antérieur de cuisson d'amidons riches en amylose conduisent à

une amylose qui a une forte tendance à rétrograder.

[0019] On entend par tuyère tout dispositif de cuisson directe par jet de vapeur permettant la cuisson instantanée d'une suspension d'amidon au moyen de vapeur d'eau sous pression.

[0020] On obtient à l'issue de cette cuisson une colle d'amidon pré-gélatinisé qui est ensuite séchée sur tambour sécheur.

[0021] Un tel équipement permet de reproduire sur un seul et même dispositif les étapes de cuisson et de séchage en exploitant la chaleur transférée depuis la surface des tambours chauffés à la vapeur jusqu'à la colle d'amidon. On appliquera par exemple, suivant le type d'amidon utilisé, des pressions de vapeur de l'ordre de 2 à 10 bars. La colle d'amidon est étalée uniformément en une mince pellicule sur la surface chaude des tambours par des éléments applicateurs. Les tambours sont animés d'un mouvement de rotation, à une vitesse de l'ordre de 5 à 8 tours par minute. Ainsi, la cuisson de la colle se poursuit, suivie du séchage. Le film formé est ensuite raclé à l'aide d'un couteau racleur de manière à décoller une feuille qui peut être ensuite broyée.

[0022] Le procédé selon l'invention permet d'obtenir des amidons riches en amylose pré-gélatinisés de façon homogène sans qu'il soit nécessaire d'avoir recours à de très hautes températures comme l'enseigne l'art antérieur. Le procédé selon l'invention est particulièrement avantageux par le fait qu'il met en oeuvre des techniques simples, avec un coût en énergie plus faible que les techniques connues d'atomisation ou d'autoclavage.

[0023] Les amidons riches en amylose pré-gélatinisés selon l'invention sont caractérisés par une densité apparente inférieure à 0,4 g/ml pour une granulométrie moyenne de 100 micromètres, ce qui est particulièrement surprenant compte tenu des densités plus élevées obtenues selon les techniques de l'art antérieur et notamment celles décrites dans le brevet EP-B1 0.366.898.

[0024] Leur solubilité dans l'eau tiède est bonne, voisine de 80%, alors que celle-ci est inférieure à 30% lorsqu'on supprime l'étape de cuisson sur tuyère.

[0025] Ces amidons présentent en outre différents avantages applicatifs comme notamment une bonne capacité à la compression, et surtout de très bonnes aptitudes à former un film. Cette aptitude est particulièrement intéressante pour le pelliculage de comprimés notamment mais aussi pour de nombreuses autres applications nécessitant la formation d'une barrière à l'humidité et à l'air. A la connaissance de la Demanderesse, il n'existait pas sur le marché de tels amidons riches en amylose pré-gélatinisés susceptibles d'avoir ces propriétés filmogènes. L'invention a donc en outre pour objet l'utilisation d'amidons riches en amylose pré-gélatinisés pour la fabrication de capsules molles ou de gélules, ainsi que pour l'enrobage de formes solides en pharmacie, alimentation humaine, alimentation animale, agrochimie ou encore de substances végétales telles que les semences.

[0026] L'invention a également pour objet l'utilisation d'amidons riches en amylose obtenus selon l'invention pour la préparation de films rafraîchissants, encore appelés feuilles d'arômes. Ces feuilles d'arômes sont des petits carrés de films alimentaires, très fins, fortement aromatisés, utilisés comme rafraîchisseurs d'haleine par dissolution rapide dans la cavité buccale. La demanderesse a constaté qu'en plus des propriétés filmogènes remarquables des amidons selon l'invention, ceux-ci présentaient une aptitude avantageuse à encapsuler les molécules de faible solubilité dans l'eau comme les arômes ou certains principes actifs. En effet, lors de la formulation de tels films à base de polymères filmogènes, lorsqu'on ajoute environ 5% d'arôme ou de principe actif peu solubles dans l'eau à la préparation filmogène, il apparaît lors de l'étalement du film un déphasage total entre les molécules hydrophobes et les autres composants. La solution filmogène est repoussée sur les côtés de la bande de film, alors que le centre n'est composé que d'arôme ou de principe actif. Le film obtenu ne constitue donc pas une pellicule homogène. L'ajout, avant incorporation de l'arôme, d'un amidon riche en amylose pré-gélatinisé selon l'invention permet, de manière surprenante et inattendue, une inclusion des arômes ou principes actifs peu solubles dans l'eau d'une part, et une excellente qualité de film d'autre part. Sans vouloir se lier à une quelconque théorie, la Demanderesse est d'avis que cette propriété d'encapsulation est liée à l'état amorphe de l'amylose précuite selon le procédé conforme à l'invention, étant donné que les amidons riches en amylose précuits selon les procédés de l'art antérieur ne possèdent pas cette propriété d'encapsulation. Le film obtenu présente les propriétés recherchées, à savoir une bonne solubilité, des propriétés mécaniques suffisantes, une forte aromatisation et pas d'adhérence entre chaque film lors du conditionnement.

[0027] Ainsi, un film alimentaire fortement aromatisé ou comprenant un principe actif peu soluble dans l'eau, caractérisé en ce qu'il comprend un amidon riche en amylose pré-gélatinisé selon l'invention, constitue à la connaissance de la Demanderesse un nouveau produit industriel. On entend par « peu solubles dans l'eau », selon la présente invention, des arômes ou principes actifs qui présentent une solubilité dans l'eau inférieure à 5% en poids.

[0028] Selon un mode de réalisation préférentiel du film selon l'invention, ce dernier comprend sur matière sèche 5 à 40%, de préférence 5 à 25% d'amidon riche en amylose pré-gélatinisé selon l'invention. Selon un mode de réalisation de l'invention encore plus préférentiel, ledit amidon riche en amylose pré-gélatinisé est stabilisé, par exemple par acétylation ou hydroxypropylation.

[0029] Le film comprend en outre tout autre polymère filmogène couramment utilisé dans la pratique, comme notamment les amidons riches en amylopectine, modifiés ou non, les amidons riches en amylose, modifiés ou non, les maltodextrines standard ou spéciales, les polysaccharides et les protéines filmogènes tels que la gélatine, le pullulan,

les gommes végétales, le gluten.

[0030] Selon une variante préférée, le film alimentaire comprend 5 à 40% d'amidon riche en amylose pré-gélatinisé selon l'invention et 40 à 80% d'amidon riche en amylopectine. Le complément à 100% est constitué par des arômes, des principes actifs, des édulcorants, un ou plusieurs humectants et éventuellement des colorants. La teneur en eau finale des films selon l'invention est généralement d'environ 12%.

[0031] On entend par amidon riche en amylopectine les amidons dits cireux ou waxy, dérivés notamment du maïs ou de la pomme de terre.

[0032] Selon une variante encore plus préférentielle, ledit film comprend sur matière sèche 5 à 40%, de préférence 5 à 25%, d'amidon riche en amylose pré-gélatinisé selon l'invention, et 40 à 80%, de préférence 40 à 70%, d'amidon waxy fluidifié par voie acide.

[0033] On choisira de préférence un amidon waxy issu du maïs fluidifié par les techniques connues de l'homme de l'art.

[0034] Bien entendu, le film selon l'invention peut être utilisé tel quel en tant que feuille d'arôme pour rafraîchir l'haleine, mais il peut également être utilisé pour le pelliculage de divers supports, notamment alimentaires ou pharmaceutiques. On peut citer sans que ce soit limitatif le pelliculage de comprimés, de confiseries, ou de tout autre support.

[0035] Les propriétés avantageuses d'encapsulation de substances peu solubles dans l'eau des amidons selon l'invention peuvent également être mises à profit dans tout autre type d'application nécessitant de telles propriétés, en milieu aqueux ou à l'état sec.

[0036] L'invention sera mieux comprise à la lecture des exemples qui suivent, qui se veulent explicatifs et non limitatifs.

Exemple 1

[0037] On prépare des amidons riches en amylose modifiés ou non selon un procédé comprenant les étapes suivantes :

- préparation d'une suspension d'amidon et d'eau
- cuisson sur tuyère
- séchage sur tambour sécheur
- récupération d'une poudre

[0038] Dans tous les cas, l'amidon de départ est l'EURLON® commercialisé par la Demanderesse, présentant une teneur en amylose de 70% en poids.

[0039] Les différents paramètres du procédé sont repris dans le tableau 1, ainsi que les densités apparentes et les granulométries moyennes des différents produits obtenus. La densité apparente est mesurée selon la méthode de pharmacotechnie 2.9.16 de la Pharmacopée Européenne, 3^{ème} édition. La granulométrie moyenne est calculée à partir de la granulométrie mesurée par tamisage sur tamis successifs de 500, 315, 200, 150, 100 et 50 micromètres.

[0040] La densité de déplacement est mesurée selon la méthode décrite dans le brevet EP-B1 0.366.898.

	ESSAI 1 EURYLON®7	ESSAI 2 EURYLON®7 ACETYLE	ESSAI 3 EURYLON®7 ACETYLE	ESSAI 4 EURYLON®7 OCTENYL SUCCINATE	ESSAI 5 EURYLON®7 HYDROXYPROPYLE	ESSAI 6 EURYLON®7 FLUIDIFIE ACIDE
MATIERE SECHE (%)	33,5	33,4	33,4	38	35,4	39
TEMPERATURE TUYERE (°C)	130	135	135	133	135	135
CONTRE PRESSION TUYERE (Bars)	2,67	3,1	3,1	2,92	3,1	3,1
VITESSE DE ROTATION TAMBOUR (tours/min)	6,5	7	8	6,5	7	6,5
PRESSION TAMBOUR (Bars)	10	10	2	10	10	10
GRANULOMETRIE MOYENNE (µm)	88,2	101,2	100,8	100,6	100,6	100,4
DENSITE APPARENTE (g/ml)	0,31	0,22	0,23	0,34	0,16	0,37
DENSITE DE DEPLACEMENT (g/ml)	1,26	1,26	1,2	1,6	1,05	1,95

Exemple 2

[0041] Afin d'en illustrer les propriétés filmogènes, le produit obtenu selon l'essai n°3 de l'exemple précédent est solubilisé dans de l'eau chaude (70-80°C) sous agitation mécanique, à 15% de matière sèche.

[0042] La viscosité Brookfield est de 4000 mPa s à 70°C et de 5000 mPa s à 60°C.

[0043] Cette solution est déposée sur un support de polyéthylène sur une épaisseur de 45,7 micromètres.

[0044] La solution ainsi déposée est séchée à température ambiante, et donne un film rigide, non cassant, et insoluble dans l'eau.

[0045] Ce film peut donner lieu à de très nombreuses applications, puisqu'il peut servir à revêtir tous types de formes solides que l'on souhaite protéger, qu'elle soient pharmaceutiques (comprimés, gélules), alimentaires (frites, fonds de tartes, confiseries) ou agricoles (semences, granulés).

[0046] Ces propriétés filmogènes peuvent également être mises en application dans la fabrication de capsules molles ou de gélules.

Exemple 3

[0047] On prépare des feuilles d'arôme selon le mode opératoire suivant :

Formule

[0048]

	Composition de la suspension (%)	Quantité mise en oeuvre (g)	Composition du film sur sec (%)
Amidon waxy fluidifié (CLEARGUM®CB90)	27,75	138,75	55,5
Amidon riche en amylose selon l'essai 2 exemple 1	4,60	23,00	9,2
Arôme menthe SILESIA	2,50	12,50	5,0
Glycérol	15,0	75,0	30,0
Saccharinate de sodium	0,15	0,75	0,3
Eau	50,0	250,0	-
total	100	500	100

- Dans un bol inox à double enveloppe, disperser le CLEARGUM® dans l'eau, le glycérol et le saccharinate. Chauffer à 90°C.
- Transvaser dans le bol d'un mélangeur KENWOOD, ajouter l'amidon riche en amylose pré-gélatinisé et l'arôme. Mélanger 1 minute à la vitesse minimale (solution S)
- Transvaser la solution S dans le bol inox et chauffer à 85°C, désaérer au maximum le mélange.
- Lorsque le mélange est à 85°C, former un film sur plaque plastique (épaisseur de colle = 1,5mm) avec un appliqueur de film automatique (bar-coater B-2105, RK printcoat) équipé d'une réglette préchauffée à 60°C.
- Laisser sécher en étuve à 20°C et 80% d'humidité relative pendant 2 jours puis terminer le séchage à 20°C en atmosphère non contrôlée.

[0049] Le film ainsi obtenu, fortement aromatisé, est très soluble, souple et flexible, non cassant et non fissuré, régulier et homogène en ce qui concerne la distribution de l'arôme, transparent. Il ne colle pas au contact d'autres films lors d'un stockage prolongé. Il peut donc aisément être utilisé comme feuille d'arôme rafraîchissante, ou pour envelopper ou enrober tout type de support notamment alimentaire ou pharmaceutique.

[0050] Un film préparé de la même façon mais sans incorporer d'amidon selon l'invention est totalement hétérogène en son centre et impossible à décoller de son support sous forme d'une feuille uniforme.

5 Revendications

1. Procédé de préparation d'amidon riche en amylose pré-gélatinisé **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes consistant :
 - 10 - à former une suspension comprenant un amidon riche en amylose et de l'eau ;
 - à soumettre ladite suspension à une cuisson par jet de vapeur à une température comprise entre 125 et 135°C de manière à obtenir une colle d'amidon riche en amylose pré-gélatinisée;
 - à sécher ladite colle d'amidon pré-gélatinisé sur tambour sécheur à une pression comprise entre 2 et 10 bars de manière à obtenir un amidon riche en amylose pré-gélatinisé.
- 15 2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre une étape de broyage de l'amidon riche en amylose pré-gélatinisé, de manière à obtenir une poudre.
- 20 3. Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, **caractérisé en ce que** la teneur en amylose dudit amidon est supérieure ou égale à 50% en poids, et de préférence comprise entre 50 et 80% en poids.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** ledit amidon est un amidon de maïs.
- 25 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** ladite suspension présente une matière sèche supérieure à 25% en poids et de préférence comprise entre 30 et 40% en poids.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** ledit amidon riche en amylose est modifié par voie chimique ou physique.
- 30 7. Procédé selon la revendication 6, **caractérisé en ce que** ledit amidon modifié est choisi dans le groupe constitué par les amidons acétylés, hydroxypropylés, carboxyméthylés, fluidifiés, et les octényl succinates d'amidon.
8. Procédé selon la revendication 6, **caractérisé en ce que** ledit amidon modifié est un amidon acétylé.
- 35 9. Amidon riche en amylose pré-gélatinisé **caractérisé en ce qu'il** présente une densité apparente inférieure à 0.4 g/ml pour une granulométrie moyenne de 100 micromètres.
- 40 10. Utilisation d'un amidon selon l'une ou l'autre des revendications 8 et 9, pour la fabrication de capsules molles ou de gélules et le pelliculage de formes solides pharmaceutiques, alimentaires ou agricoles.
11. Utilisation d'un amidon selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 pour la préparation d'un film alimentaire comprenant un arôme et/ou un principe actif présentant une solubilité dans l'eau inférieure à 5% en poids.
- 45 12. Utilisation d'un amidon selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 pour l'encapsulation de molécules présentant une solubilité dans l'eau inférieure à 5% en poids.
13. Film aromatisé ou comprenant un principe actif peu soluble dans l'eau, **caractérisé en ce qu'il** comprend un amidon riche en amylose pré-gélatinisé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9.
- 50 14. Film selon la revendication 13, **caractérisé en ce qu'il** comprend sur matière sèche 5 à 40%, de préférence 5 à 25% d'amidon riche en amylose pré-gélatinisé stabilisé.

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 02 29 0745

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (InCl.7)
P,A	WO 02 00205 A (F.T. HOLDING S.A.) 3 janvier 2002 (2002-01-03) * abrégé * * page 4, ligne 27 - page 5, ligne 13 *	1-10	C08B30/14 A01C1/06 A61K9/28 A61K9/48 A23B7/16
D,A	EP 0 366 898 A (NATIONAL STARCH AND CHEMICAL CORPORATION) 9 mai 1990 (1990-05-09) * exemples 1,6; tableaux I,II * * page 4, ligne 20 - ligne 30 * * page 4, ligne 43 - page 5, ligne 3 *	1,9	A23B9/14 A23G3/00 A61K7/16 A61K9/00
A	WO 99 09066 A (ROUGIER INC.) 25 février 1999 (1999-02-25) * revendications 1-3 *	1,9	
A	US 3 222 220 A (WURZBURG) 7 décembre 1965 (1965-12-07) * colonne 1, ligne 1 - ligne 3 * * colonne 3, ligne 42 - ligne 47 *	11,13,14	
A	US 3 549 619 A (MARK ET AL.) 22 décembre 1970 (1970-12-22) * colonne 3, ligne 39 - ligne 50 * * revendications; exemples 4-6 *	1-10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (InCl.7) C08B
A	US 3 499 962 A (WURZBURG) 10 mars 1970 (1970-03-10) * colonne 3, ligne 35 - ligne 57 * * exemple 1 *	10,12	
A	US 4 755 397 A (EDEN) 5 juillet 1988 (1988-07-05) * revendications; exemples 1-3 *	10,12	
		-/--	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 4 juillet 2002	Examineur Mazet, J-F
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 03 82 (P46/02)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 02 29 0745

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.7)
A	DATABASE WPI Week 198139 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 1981-70928d XP002204661 & JP 56 101814 A (SHIBAOMI T), 14 août 1981 (1981-08-14) * abrégé *	10,11, 13,14	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7)
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'échéancement de la recherche 4 juillet 2002	Examinateur Mazet, J-F
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : antériorité technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1501 (03/02) (P04012)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 02 29 0745

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

04-07-2002

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 0200205 A	03-01-2002	IT MI20001421 A1 AU 3371401 A WO 0200205 A1	24-12-2001 08-01-2002 03-01-2002
EP 366898 A	09-05-1990	US 5131953 A AU 609331 B2 AU 4111789 A DE 68925612 D1 DE 68925612 T2 EP 0366898 A1 JP 2150401 A JP 2511534 B2 US 5435851 A US 5571552 A US 5188674 A US 5318635 A	21-07-1992 26-04-1991 15-03-1990 21-03-1996 13-06-1996 09-05-1990 08-06-1990 26-06-1996 25-07-1995 05-11-1996 23-02-1993 07-06-1994
WO 9909066 A	25-02-1999	CA 2211778 A1 AU 8724198 A WO 9909066 A1	14-02-1999 08-03-1999 25-02-1999
US 3222220 A	07-12-1965	AUCUN	
US 3549619 A	22-12-1970	AUCUN	
US 3499962 A	10-03-1970	AUCUN	
US 4755397 A	05-07-1988	AUCUN	
JP 56101814 A	14-08-1981	JP 1395366 C JP 62004057 B	11-08-1987 28-01-1987

EPO FORM P2-400

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82